

45
⑯ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

⑮ N° de publication :
(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

2 717 492

⑯ N° d'enregistrement national :

94 02984

⑯ Int Cl⁶ : C 11 B 9/02

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑯ Date de dépôt : 15.03.94.

⑯ Priorité :

⑯ Date de la mise à disposition du public de la demande : 22.09.95 Bulletin 95/38.

⑯ Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule.

⑯ Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑯ Demandeur(s) : COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE Etablissement de Caractère Scientifique, Technique et Industriel — FR.

⑯ Inventeur(s) : Silhol Michel, Mondan Pierre et Denis Pierre.

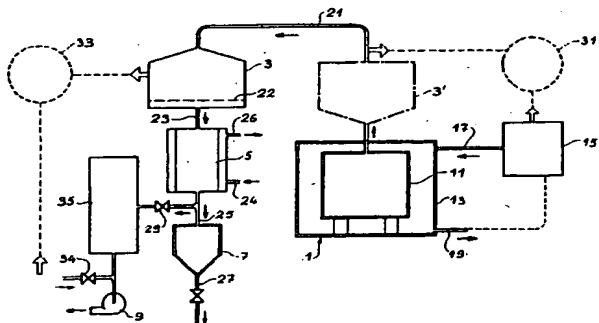
⑯ Titulaire(s) :

⑯ Mandataire : Brevatome.

⑯ Procédé et Installation d'extraction d'une huile essentielle à partir de végétaux.

⑯ L'invention concerne un procédé d'extraction d'une huile essentielle à partir de végétaux tels que des plantes aromatiques ou médicinales.

Selon ce procédé, on met en contact (en 3) les végétaux à traiter avec de la vapeur d'eau à une température inférieure à 100°C et une pression inférieure à la pression atmosphérique pour extraire l'huile dans la vapeur d'eau, puis on sépare de la vapeur d'eau l'huile extraite, par exemple par condensation (en 5) suivie d'une séparation eau-huile (en 7). La pression voulue est obtenue par une pompe à vide (9) qui peut fonctionner de façon discontinue.



FR 2 717 492 - A1



**PROCEDE ET INSTALLATION D'EXTRACTION D'UNE HUILE
ESSENTIELLE A PARTIR DE VEGETAUX**

La présente invention a pour objet un procédé d'extraction d'une huile essentielle à partir de végétaux, utilisable notamment pour l'extraction à basse température d'essences aromatiques et médicinales.

De nombreux végétaux, en particulier les plantes aromatiques ou médicinales, contiennent des huiles essentielles qui peuvent trouver de nombreuses applications dans l'industrie de l'agro-alimentaire, dans l'industrie du tabac et de la parfumerie, ainsi que dans l'industrie pharmaceutique.

Les procédés couramment employés pour l'obtention d'huiles essentielles à partir de végétaux sont l'hydrodistillation et l'extraction par la vapeur d'eau. Une installation d'hydrodistillation d'huile à partir d'herbes aromatiques est décrite par exemple dans *Perfumer & Flavorist*, vol. 14, 1989, p. 57 à 63. Ces techniques d'hydrodistillation et d'extraction par la vapeur d'eau ont pour inconvénient d'exiger des températures égales ou supérieures à 100°C, qui peuvent détruire ou diminuer les qualités propres de l'huile essentielle.

Ainsi, l'huile essentielle issue du fruit de coriandre comprend une très forte proportion (60 à 80 %) de dextrolinalol (isomère droit), et d'autres composés terpéniques en plus faible proportion qui contribuent aussi à la note olfactive de l'huile essentielle tant appréciée des aromatiers et des parfumeurs du monde entier.

Or, le linalol est dégradé à une température de 100°C en produits tels que le myrcène, l' α -terpinéol et le géraniol qui sont nuisibles à la qualité de l'huile essentielle.

Pour surmonter cette difficulté, on peut envisager de réaliser l'extraction de l'huile essentielle par solvant, mais ce procédé ne peut être développé à grande échelle en raison d'une mise en oeuvre peu commode et plus coûteuse.

La présente invention a précisément pour objet un procédé d'extraction d'une huile essentielle à partir de végétaux tels que des plantes aromatiques ou médicinales, qui permet d'éviter la destruction ou la diminution des qualités propres à chaque plante, en réalisant l'extraction à des températures inférieures à 100°C.

Selon l'invention, le procédé d'extraction d'une huile essentielle à partir de végétaux, consiste à mettre en contact les végétaux avec de la vapeur d'eau à une température T inférieure à 100°C, sous une pression P inférieure à la pression atmosphérique, pour extraire l'huile essentielle dans la vapeur d'eau, puis à séparer de la vapeur d'eau l'huile ainsi extraite.

Pour mettre en oeuvre ce procédé, on peut introduire les végétaux dans une enceinte, faire circuler dans l'enceinte de la vapeur d'eau à la température T sous la pression P , et condenser la vapeur d'eau sortant de l'enceinte pour séparer de celle-ci l'huile extraite.

La mise en circulation de la vapeur d'eau dans l'enceinte est avantageusement réalisée par pompage sous vide relatif de l'air et de la vapeur d'eau.

L'extraction de l'huile essentielle se fait ainsi à une température limitée, ce qui permet :

- d'améliorer la qualité de l'huile essentielle extraite,
- d'augmenter le rendement d'extraction, et
- de diminuer la consommation d'énergie par réduction du temps d'extraction.

De préférence, pour améliorer le rendement d'extraction, on effectue un pompage discontinu car la mise en dépression brutale favorise l'éclatement des cellules du végétal et l'extraction de l'huile essentielle.

La température T et la pression P utilisées pour l'extraction sont choisies en fonction des végétaux traités. Généralement, la température T est située dans la gamme de 60 à 80°C et la pression P est dans la gamme de 20 à 50kPa. De bons résultats peuvent être obtenus avec la plupart des végétaux à une température T de 75°C et une pression P de 38 kPa (285 mm de mercure).

L'invention concerne également une installation d'extraction d'une huile essentielle à partir de végétaux, qui comprend :

- une enceinte de traitement apte à contenir les végétaux à traiter,
- un générateur de vapeur d'eau,
- un condenseur,
- un séparateur huile essentielle-eau,
- un circuit reliant l'enceinte d'une part au générateur de vapeur et d'autre part au condenseur et au séparateur huile-eau,
- des moyens de pompage sous vide relatif pour régler la pression de la vapeur d'eau provenant du générateur au point de fonctionnement optimum,
- des moyens de régulation pour maintenir la température du générateur de vapeur à la valeur T et la pression dans l'enceinte à une valeur P inférieure à la pression atmosphérique.

L'invention s'applique à de nombreux végétaux, en particulier aux plantes médicinales et aromatiques dont les huiles essentielles sont recherchées. A titre d'exemple de telles plantes, on peut citer la menthe,

le romarin, la lavande, le lavandin, le tilleul, le genièvre et la coriandre.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront mieux à la lecture des 5 exemples suivants, donnés bien entendu à titre illustratif et non limitatif en référence aux figures 1 et 2 annexées.

La figure 1 représente schématiquement en coupe verticale une installation d'extraction conforme 10 à l'invention et

La figure 2 représente schématiquement en vue de dessus l'utilisation de quatre bacs à végétaux mobiles pour faciliter la mise en oeuvre du procédé dans l'installation d'extraction.

15 Sur la figure 1, on voit que l'installation d'extraction conforme à l'invention comprend un générateur de vapeur 1, une enceinte de traitement des végétaux 3, un condenseur 5, un séparateur eau-huile essentielle 7 et une pompe à vide 9.

20 Le générateur de vapeur 1 comprend un réservoir d'eau 11 disposé dans un bain-marie d'eau chaude 13 qui est maintenu à la température voulue par circulation d'eau chaude provenant d'une chaudière 15 par l'intermédiaire de la conduite 17, une conduite 19 25 de vidange ou de recyclage étant prévue à l'extrémité inférieure du bain-marie 13.

La vapeur sortant du réservoir 11 est amenée par la conduite 21 dans l'enceinte de traitement 3 qui comporte à sa partie inférieure une grille de retenue 30 22 pour les végétaux à traiter. La vapeur sortant de l'enceinte par la conduite 23 est amenée dans le condenseur 5 où elle est refroidie par une circulation d'eau froide par les conduites 24 et 26. On récupère à la sortie du condenseur par la conduite 25 le condensat comportant l'eau et l'huile essentielle qui 35 est séparé par décantation dans le séparateur

eau-huile 7. L'eau et l'huile ainsi séparés peuvent être extraits par la conduite 27.

La pression dans le circuit de vapeur est réglée par la pompe à vide 9 raccordée sur la conduite 5 25 par l'intermédiaire d'un ballon tampon 35. Conformément à l'invention, on peut faire fonctionner cette pompe en discontinu en fermant la vanne 29 de façon cyclique.

L'installation comporte de plus des moyens de 10 régulation de la température 31 qui permettent de régler la température de la vapeur sortant du réservoir 11 à la valeur T voulue en agissant sur la chaudière 15 en fonction de la température détectée dans la conduite 21. Des moyens de régulation de la 15 pression 33 sont également prévus pour actionner la vanne 34 afin de régler le vide en fonction de la pression détectée dans l'enceinte de traitement 3.

Dans l'installation représentée sur la figure 20 1, on fait circuler la vapeur depuis le sommet jusqu'à la base de l'enceinte de traitement 3, mais on pourrait également adopter une disposition différente représentée en traits mixtes sur la figure 1 en faisant circuler la vapeur depuis le bas jusqu'au sommet de l'enceinte de traitement comme représenté en 25 3'.

Dans l'installation représentée sur la figure 1, on utilise une seule enceinte de traitement, mais selon un mode préféré de réalisation représenté sur la 30 figure 2, l'installation comporte quatre enceintes de traitement 3 identiques 3₁, 3₂, 3₃ et 3₄ montées sur un barillet 4 qui permet à chaque enceinte d'être solidarisée avec la conduite 21 et la conduite 23, tandis qu'on réalise sur les autres enceintes des opérations de remplissage, de vidange et de nettoyage. 35 Ainsi, dans la position représentée sur la figure 2, l'enceinte 3₁ est associée à un quai de chargement de

végétaux qui permet d'assurer son remplissage, alors que l'enceinte 3₂ est en cours de traitement en étant reliée au générateur de vapeur 1 et au condenseur 5, l'enceinte 3₃ en cours de vidange des végétaux qui ont été soumis précédemment au traitement, et l'enceinte 3₄ en cours de nettoyage. Cette disposition permet ainsi d'utiliser l'installation en continu sans être gênée par les opérations préalables de remplissage et les opérations ultérieures de vidange et de nettoyage de l'enceinte de traitement.

On décrit ci-après des exemples de traitement de végétaux conformes à l'invention.

Exemple 1 : Extraction d'huile essentielle de coriandre.

On charge 200 g de graines de coriandre dans l'enceinte de traitement 3, puis on fixe cette enceinte sur le circuit de vapeur en chauffant l'eau dans le réservoir 11 à 75°C et en mettant en service la pompe à vide 9 jusqu'à la valeur de pression désirée de 285 mm de mercure, soit 38 kPa. On fonctionne dans ces conditions de pompage pendant 5 minutes, puis on effectue un pompage discontinu pendant les 10 minutes qui suivent en réalisant cycliquement 30 secondes de pompage, suivies de 30 secondes sans pompage dans les mêmes conditions de pression. Pendant les 5 minutes qui suivent, on réalise le pompage en continu, puis pendant 10 minutes on reprend le pompage en discontinu comme précédemment, et on termine par 5 minutes de pompage en continu. Ces conditions de pompage sont résumées dans le tableau 1 ci-dessous.

TABLEAU 1

Temps d'extraction	Type de pompage
de $t = 0$ à 5 min	en continu
de $t = 5$ à 15 min	en discontinu : 30" pompage suivi de 30" sans pompage
de $t = 15$ à 20 min	en continu
de $t = 20$ à 30 min	en discontinu : (30"/30")
de $t = 30$ à 35 min	en continu

Pour séparer l'huile extraite, on règle la température dans le condenseur à 16°C et on récupère 5 l'huile essentielle dans le séparateur 7.

On analyse ensuite l'huile extraite. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 2 qui suit.

TABLEAU 2

10

Composés terpéniques	Composition de l'extrait de l'Ex. 1 (en %)	Composition de l'extrait de l'Ex. Comparatif (en %)
Alpha pinène	1,3	9,9
Camphène	0,1	0,9
Sabinène	0,1	0,4
Béta pinène	0,1	0,5
Myrcène	0,2	0,7
Para cymène	2,3	4,2
Limonène	0,9	1,9
Gamma terpinène	6,5	10,0
Terpinolène	0,3	0,4
Linalol	80,0	63,6
Camphre	3,5	2,9
Bornéol	0,1	0,1
Terpin-1-ène 4-ol	0,1	0,2
Alpha terpinéol	0,1	0,3
Géraniol	0,8	1,6
Acétate de linalyle	0,25	Tr
Acétate de géranyle	3,0	2,4

Exemple Comparatif 1 :

Dans cet exemple, on traite des graines de coriandre par un procédé d'hydrodistillation en

utilisant de la vapeur d'eau à une température de 100°C et plus sous la pression atmosphérique. On analyse de la même façon l'huile extraite. Les résultats obtenus sont donnés également dans le 5 tableau 1.

Au vu de ces résultats, on remarque que les terpènes non fonctionnalisés apparaissent en moins grande quantité par le procédé de l'invention que dans une hydrodistillation traditionnelle. En revanche, la 10 proportion de linalol est plus importante dans le procédé de l'invention (80 %), alors qu'elle n'est que de 63,6 % dans le procédé d'hydrodistillation. En effet, on évite la dégradation du linalol en myrcène, α -terpinéol et géraniol dont les quantités sont plus 15 importantes avec le procédé d'hydrodistillation.

On remarque de plus la présence d'acétate de linalyle alors que celui-ci n'est présent qu'à l'état de trace dans l'huile obtenue par hydrodistillation.

Ainsi, l'extraction par le procédé de 20 l'invention donne une bonne qualité d'huile essentielle et constitue une véritable amélioration par rapport au procédé d'hydrodistillation sous pression atmosphérique.

En effet, on limite la proportion des produits 25 de dégradation et on peut ainsi se rapprocher de la qualité olfactive de la graine broyée.

Exemples 2 à 6 : Extraction d'huile essentielle de lavande.

Dans ces exemples, on suit le même mode 30 opératoire que dans l'exemple 1, mais on opère à des températures et des pressions différentes. On détermine en fin d'opération le rendement d'extraction, c'est-à-dire le poids d'huile sur le poids de lavande traitée.

35 Les conditions d'extraction et les rendements obtenus sont donnés dans le tableau 3.

TABLEAU 3

Ex	T (°C)	P (kPa)	Rendement
2	< 60	< 20	0
3	60	20	trace d'huile
4	68	29	2,5 à 3,3
5	73	35	3
6	75	38	6

5 Au vu des résultats du tableau 3, on remarque que les meilleurs résultats sont obtenus lorsque la température T est de 75°C et la pression P de 38 kPa (285 mm de mercure).

REVENDICATIONS

1. Procédé d'extraction d'une huile essentielle à partir de végétaux, caractérisé en ce qu'il consiste à mettre en contact les végétaux avec 5 de la vapeur d'eau à une température T inférieure à 100°C, sous une pression P inférieure à la pression atmosphérique, pour extraire l'huile essentielle dans la vapeur d'eau, puis à séparer de la vapeur d'eau l'huile ainsi extraite.
- 10 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on introduit les végétaux dans une enceinte, on fait circuler dans l'enceinte de la vapeur d'eau à la température T et on condense la vapeur d'eau sortant du récipient pour séparer de 15 celle-ci l'huile extraite.
- 15 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le réglage de la pression de la vapeur d'eau dans l'enceinte est obtenu par pompage sous vide relatif.
- 20 4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le pompage est discontinu ou non.
- 25 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que T est de 60 à 80°C et P est de 150 à 350 mm de mercure (20 kPa à 50kPa).
- 30 6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la température T est de 75°C et la pression P est de 38 kPa.
- 35 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que les végétaux sont choisis parmi les plantes médicinales et aromatiques.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que les végétaux sont choisis parmi la menthe, le romarin, la

lavande, le lavandin, le tilleul, le genièvre et la coriandre.

9. Installation d'extraction d'une huile essentielle à partir de végétaux, caractérisée en ce 5 qu'elle comprend :

- une enceinte de traitement (3) apte à contenir les végétaux à traiter,
- un générateur de vapeur d'eau (1),
- un condenseur (5),
- 10 - un séparateur huile essentielle-eau (7),
- un circuit reliant l'enceinte d'une part au générateur de vapeur (1) et d'autre part au condenseur (5) et au séparateur huile-eau (7),
- des moyens de pompage (9, 34) sous vide 15 relatif pour régler la pression de la vapeur d'eau provenant du générateur (1) au point de fonctionnement optimum, et
- des moyens (31, 33) de régulation pour maintenir la température du générateur de vapeur à la 20 valeur T et la pression dans l'enceinte à une valeur P inférieure à la pression atmosphérique.

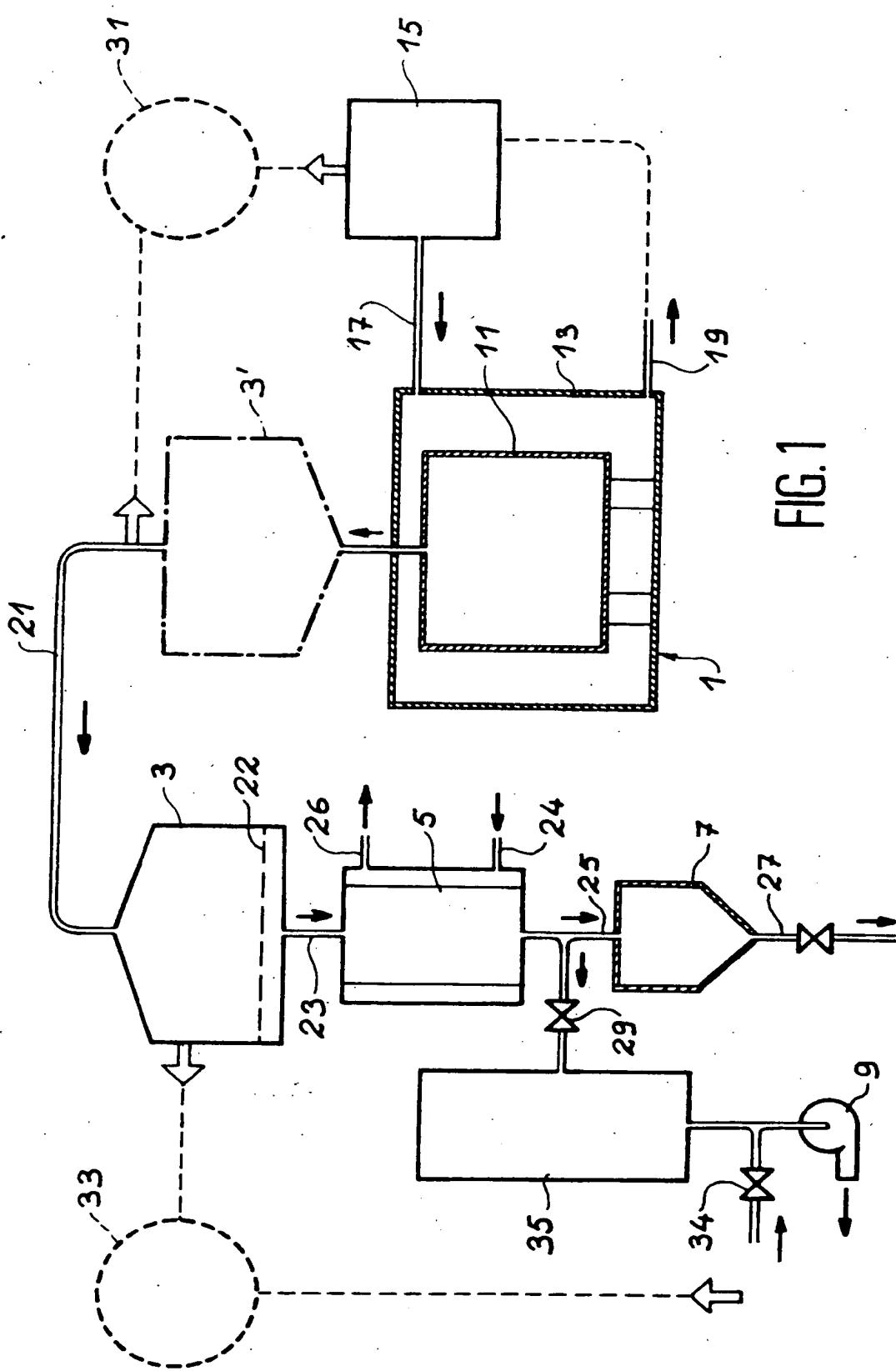


FIG. 1

2/2

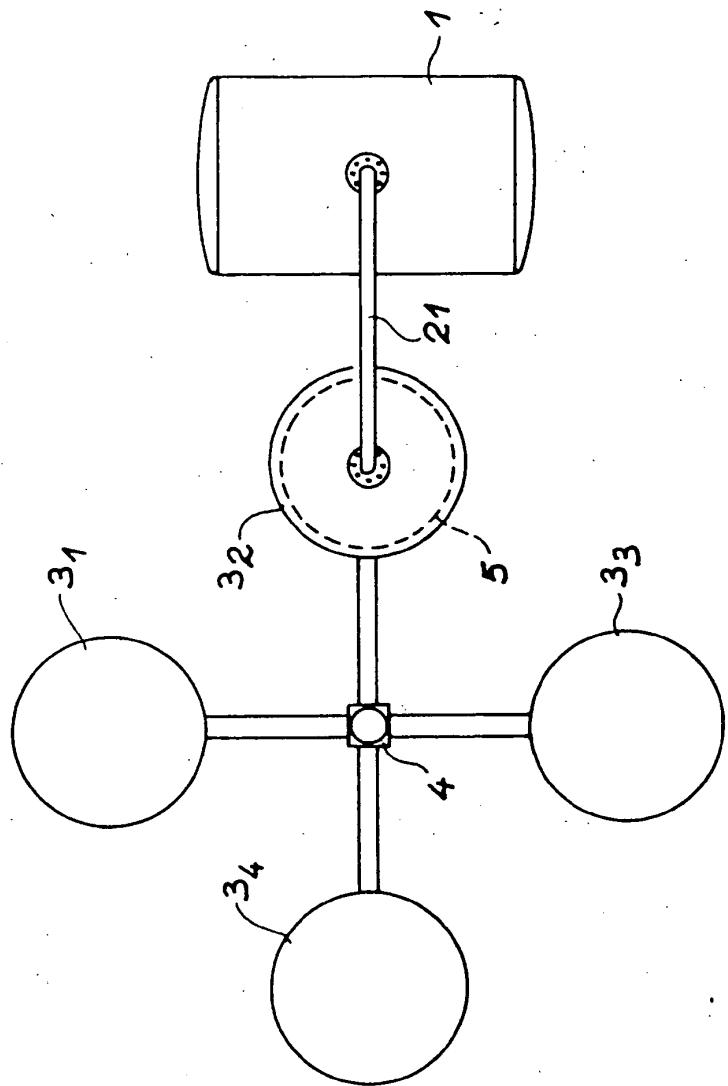


FIG. 2

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLERAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIREétabli sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

2717492

N° d'enregistrement
nationalFA 498198
FR 9402984

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendications concernées de la demande examinée	
X	GB-A-1 209 055 (TENCO BROOKE BOND) * revendications; figure 1 *---	1-7, 9	
X	US-A-3 223 533 (E.J.KELLY) * revendications *---	1-7, 9	
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 05, no. 67 (C-53) 7 Mai 1981 & JP-A-56 018 565 (TSUJI SEIYU) 21 Février 1981 * abrégé *---	1, 5, 6	
A	FR-A-2 638 333 (P.O.COGAT ET AL.) * le document en entier *---	1-9	
D, A	PERFUMER AND FLAVORIST, vol.14, Août 1989 pages 57 - 63 E.F.K.DENNY 'Hydro-distillation of oils from aromatic herbs' * le document en entier *-----	1-9	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CLS)
			C11B A23L A23F

2

Date d'achèvement de la recherche

29 Novembre 1994

Examinateur

Van Moer, A

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS

X : particulièrement pertinent à lui seul
 Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
 A : pertinent à l'encontre d'un moins une revendication ou arrière-plan technologique général
 O : divulgation non écrite
 P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
 E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.

D : cité dans la demande
 L : cité pour d'autres raisons

A : membre de la même famille, document correspondant

THIS PAGE BLANK (USPTO)